

公告 昭 32.4.11 出願 昭 29.11.30 特願 昭 29-26015

発 明 者	杉 本 典 夫	大津市膳所殿町331
同	大 城 進	京都市左京区聖護院山王町28田原方
出 願 人	田 辺 製 薬 株 式 会 社	大阪市東区道修町3の21
代理人 弁理士	赤 岡 迪 夫	

(全2頁)

N-メチル-9-カルボアルコキシ-デカヒ
ドロイソキノリンの製法

発明の詳細なる説明

本発明はN-メチル-9-カルボアルコキシ-デカヒドロイソキノリンの製法に関する。

この化合物は本発明によりN-メチル-9-カルボアルコキシ-デカヒドロイソキノロン-(6)-エチレンジチオケタールをラネ-ニツケルと加熱して製造することが出来る。原料のメルカプトール化合物は次の2工程によつて製造し得る。

第1工程はN-メチル-9-カルボアルコキシ- Δ^{5-10} -オクタヒドロイソキノロン-(6)を選択的に二重結合を飽和せしめN-メチル-9-カルボアルコキシ-デカヒドロイソキノロン-(6)とする。

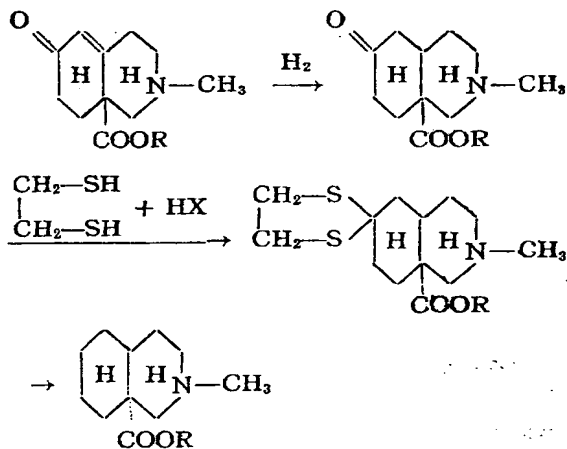
この選択的還元を行うには触媒としてパラジウム炭を使用するのが良く、ニツケル、又は白金の如き触媒では6位のケトン結合に変化を与える。

第2工程は前記生成物を溶媒に溶解し、エチレンジチオグリコールと塩酸を反応せしめてN-メチル-9-カルボアルコキシ-デカヒドロイソキノロン-(6)-エチレンジチオケタールとする。即ち前記デカヒドロイソキノロン誘導体をエチレンジチオグリコールを以てメルカプトール化するのである。塩酸の代りに他の鉱酸類を使用しても良い。

本発明はこのメルカプトールをラネ-ニツケルを以て処理し脱硫還元してN-メチル-9-カルボアルコキシ-デカヒドロイソキノリンを得るのである。

ラネ-ニツケルは新たに製したW-7-ラネ-ニツケル(J. A. C. S, 1954, 1013, J. C. S, 1953 2984参照)がよい。脱硫はこのラネ-ニツケルと混和して溶媒中で加熱すればよろしい。

以上の反応を化学式を以て説明すれば次の如くである。



上式に於いてRは低級アルキル、Xは鉱酸の陰イオンを示す。

本発明により得られるN-メチル-9-カルボアルコキシ-デカヒドロイソキノリンは鎮痛作用を有する化合物として価値あるものである。

実施例

N-メチル-9-カルボエトキシ- Δ^{5-10} -デカヒドロイソキノロン-(6) 1.0gを無水エタノールに溶解し、5%のパラジウム炭を使用して常圧下に水素を吸収させる。水素吸収後触媒を濾別し、濾液より溶媒を溜去した残渣を減圧蒸溜により精製するとbp 8 mmHg 151~153℃の微黄色油状物のN-メチル-9-カルボエトキシ-デカヒドロイソキノロン-(6)を定量的に得る。本品のピクロナートは融点184~186℃の黄板状晶(エタノール+ジオキサン)である。

次にこのデカヒドロイソキノロン誘導体0.8g

(2)

特許出願公告
昭32-2220

とエチレンジチオグリコール1.0gを無水ジオキサ
ン25ccに溶解し冷却して0℃以下に於いて乾燥塩
酸ガスを導入する。塩酸ガスが飽和すれば室温に
て一夜放置する。翌日なるべく低温にてジオキサ
ンを去り、残渣を水に溶解し、炭酸アルカリにて
中和し、エーテルにて抽出する。抽出液を炭酸カ
リにて乾燥しエーテルを溜去すると硫黄化合物特
有の臭気ある微黄色油状のN-メチル-9-カル
ボエトキシデカヒドロイソキノロン-(6)-エ
チレンジチオキタール1.2gが得られる。

本品は窒素及び硫黄の定性試験に陽性を示す。
最後に前記メルカプトール1.2gを60ccの無水エ
タノールに溶解し、新製のW-7-ラネーニツケ
ル12.0gを加えて水浴上にて10時間煮沸還流せし

める。冷後ニツケルを濾別し、エタノールを溜去
し、残渣をその低減圧蒸溜するとbp 4 mmHg 98~
102℃の無色無臭油状のN-メチル-9-カルボエ
トキシデカヒドロイソキノリン0.5gを得る。

本品の塩酸塩はアセトン、エーテルの混液より
再結晶し融点182~183℃を示す無色針状晶、ピク
ラートは融点116~118℃の黄色柱状晶(エタノー
ル)である。

特許請求の範囲

N-メチル-9-カルボアルコキシデカヒド
ロイソキノロン-(6)-エチレンジチオキタール
をラネーニツケルと加熱することを特徴とするN
-メチル-9-カルボアルコキシデカヒドロイ
ソキノリンの製法。